

SNI

Standar Nasional Indonesia

SNI 2128:2013



Asam formiat teknis

ICS 71.060.30

Badan Standardisasi Nasional





© BSN 2013

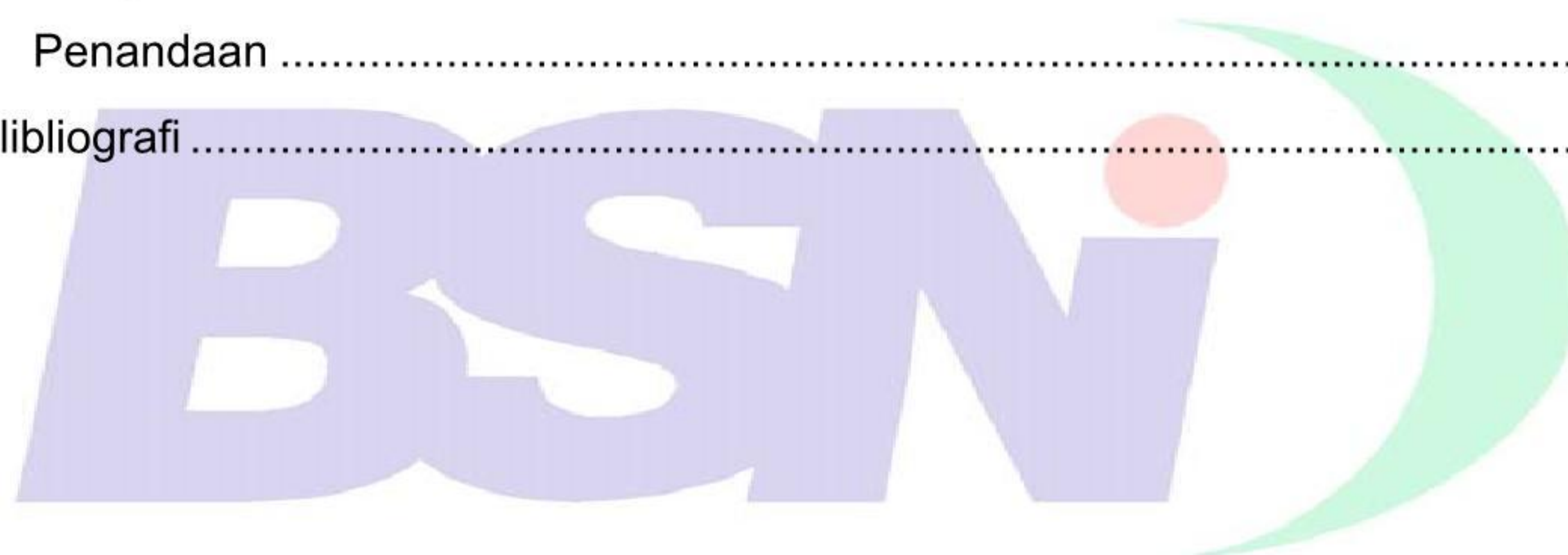
Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun serta dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Gd. Manggala Wanabakti
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.
Telp. +6221-5747043
Fax. +6221-5747045
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar isi

Daftar isi.....	i
Prakata	ii
1 Ruang lingkup.....	1
2 Acuan normatif.....	1
3 Istilah dan definisi	1
4 Syarat mutu	1
5 Pengambilan contoh	1
6 Cara uji	2
7 Syarat lulus uji	9
8 Pengemasan.....	9
9 Penandaan	9
Bibliografi	10



Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) *Asam formiat teknis* merupakan revisi dari SNI 06-2128-1991, *Asam formiat teknis*.

Standar ini direvisi pada syarat mutu dengan meningkatkan persyaratan uji sesuai dengan perkembangan perdagangan. Adapun tujuan revisi standar ini adalah:

1. Melindungi produsen dan konsumen;
2. Mendukung perkembangan industri;
3. Menunjang ekspor nonmigas.

Standar ini disusun oleh Panitia Teknis 71-01, Teknologi Kimia dan telah dibahas dalam rapat konsensus lingkup panitia teknis di Jakarta pada tanggal 5 Juni 2013. Hadir dalam rapat tersebut wakil dari pemerintah, produsen, konsumen, tenaga ahli dan institusi terkait lainnya. SNI ini juga telah melalui konsensus nasional yaitu jajak pendapat pada tanggal tanggal 4 Juli 2013 sampai dengan 2 September 2013 dan langsung disetujui menjadi Rancangan Akhir SNI (RASNI) untuk ditetapkan menjadi SNI.



Asam formiat teknis

1 Ruang lingkup

Standar ini menetapkan syarat mutu dan cara uji asam formiat teknis yang digunakan untuk koagulan industri karet, penyamakan kulit, proses pewarnaan tekstil, industri pakan ternak, pembersih logam dan pengeboran minyak dan gas.

2 Acuan normatif

Dokumen acuan berikut sangat diperlukan untuk penggunaan dokumen ini. Untuk acuan bertanggal, hanya edisi tersebut yang digunakan. Untuk acuan tidak bertanggal, acuan dengan edisi terakhir yang digunakan (termasuk semua amandemennya).

SNI 0429, *Petunjuk pengambilan contoh cairan dan semi padat*

3 Istilah dan definisi

Untuk tujuan penggunaan dalam dokumen ini, istilah dan definisi berikut ini digunakan.

3.1

asam formiat teknis

cairan tidak berwarna, berbau tajam dan memiliki rumus kimia HCOOH

4 Syarat mutu

Syarat mutu asam formiat teknis dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1 - Syarat mutu

No	Parameter uji	Satuan	Persyaratan
1	Total asam sebagai asam formiat (HCOOH) (b/b)	%	Min. 85
2	<i>Specific Gravity</i> (25 °C)	-	1,19 – 1,22
3	Klorida, (Cl^-)	mg/kg	Maks. 20
4	Sulfat, (SO_4^{2-})	mg/kg	Maks. 10
5	Besi, (Fe)	mg/kg	Maks. 5
6	Timbal (Pb)	mg/kg	Maks. 5

5 Pengambilan contoh

Pengambilan contoh sesuai dengan SNI 0429.

6 Cara uji

6.1 Total asam sebagai asam formiat (HCOOH)

6.1.1 Prinsip

Titrasi keasaman menggunakan larutan standar volumetrik natrium hidroksida (NaOH) dengan fenolftalin sebagai indikator.

6.1.2 Peralatan

- Neraca analitik dengan ketelitian 0,1 mg;
- Labu erlenmeyer 250 mL;
- Labu ukur 1 L;
- Buret 50 mL.

6.1.3 Bahan

- Air suling bebas CO₂, air suling dididihkan lalu didinginkan atau minimal air dengan kualitas yang sama;
- Larutan natrium hidroksida 1 N;
 - Larutkan 40 g NaOH pelet dalam 1 L air suling bebas CO₂;
 - Dinginkan sampai 25 °C;
 - Saring dengan kertas saring sedang (setara dengan whatman no. 40);
 - Timbang (4,75 ± 0,05) g kalium hidrogen ftalat (KHC₈H₄O₄) p.a yang sudah dikeringkan pada suhu 120 °C selama 2 jam;
 - Larutkan dengan air suling bebas CO₂ dan titrasi dengan larutan NaOH yang akan distandarkan.

$$\text{Normalitas NaOH} = \frac{W}{0,20423 \times V}$$

Keterangan:

- W adalah bobot kalium hidrogen ftalat (g);
 V adalah banyaknya volume NaOH yang digunakan untuk titrasi (mL);
 0,20423 adalah BM kalium hidrogen ftalat/1 000.

- Larutan fenolftalin, 5 g/L dalam alkohol.
 Larutkan 0,5 g fenolftalin dalam 100 mL etanol 95 %.

6.1.4 Prosedur

- Timbang 1,5 g sampai 2 g contoh uji, ke dalam labu erlenmeyer 250 mL yang berisi ± 50 mL air suling;
- Tambahkan 0,5 mL larutan fenolftalin;
- Titrasi dengan larutan NaOH, sampai larutan berwarna merah muda seulas (sampai tidak terjadi perubahan warna).

6.1.5 Perhitungan

$$\text{Total asam sebagai asam formiat (\%)} = \frac{V \times N \times 46,026}{W \times 1.000} \times 100 \%$$

Keterangan:

V adalah volume NaOH untuk penitaran, mL;
 W adalah bobot contoh uji, g;
 N adalah normalitas NaOH, mol equivalen/mL;
 46,026 adalah bobot equivalen asam formiat, g/mol.

6.2 *Specific gravity* (25 °C)

6.2.1 Prinsip

Perbandingan bobot contoh uji dengan bobot air pada suhu tertentu pada volume yang sama.

6.2.2 Peralatan

- Neraca analitik dengan ketelitian 0,1 mg;
- Piknometer.

6.2.3 Bahan

Air suling.

6.2.4 Prosedur

- Timbang piknometer kosong, catat bobotnya;
- Masukkan contoh uji ke dalam piknometer sampai penuh, lalu timbang bobotnya;
- Masukkan air suling ke dalam piknometer sampai penuh, lalu timbang bobotnya.

6.2.5 Perhitungan

$$\text{Specific gravity} = \frac{W_2 - W_1}{W_3 - W_1}$$

Keterangan:

W1 adalah bobot piknometer kosong, g;
 W2 adalah bobot piknometer berisi contoh uji, g;
 W3 adalah bobot piknometer berisi air suling, g.

6.3 Klorida (Cl)

6.3.1 Prinsip

Klorida direaksikan dengan perak nitrat (AgNO₃) membentuk perak klorida (AgCl) dan diukur secara spektrofotometri pada panjang gelombang 440 nm sampai dengan 460 nm.

6.3.2 Peralatan

- Spektrofotometer;
- Gelas piala;
- Labu ukur 100 mL dan 1 000 mL;
- Pipet ukur 1 mL, 2 mL, 3 mL, 4 mL dan 10 mL;
- Neraca analitik dengan ketelitian 0,1 mg.

6.3.3 Pereaksi

- Larutan perak nitrat AgNO_3 2 %;
- Larutkan 2 g AgNO_3 dengan air suling dan encerkan sampai 100 mL;
- H_2SO_4 p.a;
- Larutan asam nitrat (HNO_3) (1 : 2);

Ambil 1 bagian HNO_3 65 % p.a. larutkan ke dalam 2 bagian air suling;

- Larutan standar Cl 0,01 mg/mL.

1,648 g NaCl p.a dilarutkan dengan air suling dalam labu ukur 1 Liter, tepatkan sampai tanda. Pipet 10 mL dan encerkan sampai 1 Liter dalam labu ukur.

1 mL larutan = 0,01 mg Cl.

6.3.4 Prosedur

6.3.4.1 Pengerjaan contoh uji

- Timbang sebanyak 5 g contoh diencerkan pada gelas piala yang sudah berisi 10 mL air suling;
- Tambahkan 3 mL asam nitrat 1 : 2, kemudian encerkan dengan air suling hingga 25 mL;
- Tambahkan 1 mL AgNO_3 2 % (b/v), diamkan 15 menit di tempat yang gelap.

6.3.4.2 Pembuatan kurva kalibrasi

- Pipet larutan standar klorida 0,01 mg/mL mulai dari 0 mL; 1 mL; 2 mL; 3 mL dan 4 mL ke masing-masing labu ukur 100 mL;
- Tambah masing-masing 5 g H_2SO_4 p.a, dan air suling sampai 25 mL, dinginkan sampai suhu ruangan;
- Lanjutkan seperti pasal 6.3.4.1 b & c;
- Buat kurva kalibrasi untuk mendapatkan persamaan garis regresi.

6.3.5 Perhitungan

$$\text{Konsentrasi Cl (mg/kg)} = \frac{C \times V}{W}$$

Keterangan:

C adalah konsentrasi yang didapat dari hasil pengukuran, mg/L;

V adalah volume labu ukur yang digunakan, mL;

W adalah bobot contoh uji, g.

6.4 Sulfat (SO_4)

Metode ini berlaku untuk kandungan sulfat, yang dinyatakan sebagai SO_4 , tidak lebih besar dari 0,1 % dan tidak kurang dari 0,001 % (b/b). Jika kandungan sulfat di atas atau di bawah kisaran itu, metode ini dapat diterapkan dengan mengurangi atau menambahkan bobot contoh uji.

6.4.1 Prinsip

Perbandingan kekeruhan antara larutan sampel dan larutan standar yang telah diketahui konsentrasinya dengan melakukan penambahan barium klorida dalam suasana asam klorida.

6.4.2 Peralatan

- Neraca analitik dengan ketelitian 0,1 mg;
- Penangas air;
- Labu ukur 250 mL;
- Kertas saring sedang (setara dengan whatman no. 40);
- Tabung Nessler 100 mL;
- Cawan penguapan.

6.4.3 Pereaksi

- Air suling;
- Natrium karbonat, N tertentu;
- Asam klorida, N tertentu;
- Larutan barium klorida, ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 10 g/L;
- Larutan standar sulfat mengandung 0,1 g/L SO_4 ;

Encerkan 20,8 mL larutan standar volumetrik asam sulfat 0,1 N dengan air suling ke dalam labu ukur 1 000 mL sampai tanda tera dan homogenkan.

1 mL larutan ini mengandung 0,1 mg SO_4 .

6.4.4 Prosedur

- Timbang dengan ketelitian terdekat 1 g, (100 ± 1) g sampel ke dalam cawan penguapan;
- Tambahkan 0,2 mL larutan natrium karbonat dan uapkan sampai kering pada penangas air yang mendidih;
- Larutkan residu dengan air suling yang mengandung 1 mL larutan asam klorida;
- Masukkan larutan tersebut ke dalam labu ukur volumetrik 250 mL, encerkan sampai tanda tera dan homogenkan;
- Jika larutan keruh, saring dengan kertas saring;
- Masukkan 4,0 mL larutan standar sulfat ke dalam tabung Nessler 100 mL, encerkan sampai tanda tera;
- Tambahkan 2 mL larutan asam klorida dan homogenkan;

- h. Untuk sampel yang mengandung tidak lebih dari x % sulfat (m/m) dinyatakan sebagai SO_4 , masukkan ke dalam tabung Nessler 100 mL alikuot $0,05/x \text{ mL}^1$ dari larutan uji, encerkan sampai tanda tera;
- i. Tambahkan 2 mL larutan asam klorida, dan homogenkan;
- j. Tambahkan ke setiap tabung Nessler 2 mL larutan barium klorida dan aduk;
- k. Diamkan tabung selama 5 menit, aduk lagi dan bandingkan kekeruhan yang dihasilkan oleh alikuot dari larutan uji, dengan yang dihasilkan oleh larutan sulfat yang konsentrasinya telah diketahui.

6.4.5 Ekspresi hasil

Jika kekeruhan yang dihasilkan oleh larutan uji kurang dari yang dihasilkan oleh larutan standar sulfat yang telah diketahui konsentrasinya, laporkan bahwa sampel mengandung kurang dari x % sulfat anorganik yang dinyatakan sebagai SO_4 , selain dari itu laporkan mengandung tidak kurang dari x %.

6.5 Besi (Fe)

6.5.1 Prinsip

Besi direduksi dan ditentukan secara spektrofotometri dengan 1,10-fenantrolin (ortho-fenantrolin).

6.5.2 Peralatan

- a. Gelas piala;
- b. Labu ukur 100 mL dan 1 000 mL;
- c. Pipet ukur 1 mL, 2 mL, 3 mL, 4 mL dan 5 mL;
- d. Spektrofotometer;
- e. Neraca analitik dengan ketelitian 0,1 mg.

6.5.3 Pereaksi

- a. Larutan amonium asetat-asam asetat;

Larutkan 100 g amonium asetat (H_3COONH_4) dalam 600 mL air suling, saring, tambah 200 mL asam asetat glacial dan encerkan dengan air suling sampai 1 L.

- b. Larutan amonium hidroksida (1 : 1);

Encerkan 500 mL amonium hidroksida (NH_4OH) dengan 500 mL air suling, aduk.

- c. Larutan hidroksilamin hidroklorida (100 g/L);

Larutkan 100 g hidroksilamin hidroklorida ($\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$) dalam 600 mL air suling, saring, dan encerkan dengan air suling sampai 1 L.

- d. Larutan standar besi (1 mL = 0,01 mg Fe);

Larutkan 0,702 2 g fero amonium sulfat heksahidrat ($\text{FeSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) p.a dalam 500 mL air suling yang mengandung 20 mL H_2SO_4 p.a. Encerkan dengan air suling sampai 1 L dalam labu ukur.

¹Jika bobot contoh uji dikurangi atau ditambah, sesuaikan pembilang dari pecahan ini

- e. Larutan 1,10-fenantrolin (ortho-fenantrolin) (3 g/L);

Larutkan 3 g ortho - fenantrolin monohidrat dalam 500 mL air suling, tambah 1 mL asam hidroklorida (HCl), aduk, saring, dan encerkan dengan air suling sampai 1 L.

6.5.4 Prosedur

6.5.4.1 Pengerjaan contoh uji

- a. Timbang 1 g contoh uji, tambahkan secara berurutan :
 - 30 mL air suling;
 - 1 mL larutan hidrosilamin hidroklorida (100 g/L);
 - 5 mL larutan 1,10 fenantrolin (3 g/L);
 - larutan amonium hidroksida (1:1) hingga pH 3,5 sampai dengan 4;
 - 5 mL larutan bufer asetat (100 g/L);
- b. Encerkan dengan air suling hingga 100 mL, diamkan selama 15 menit;
- c. Baca absorbansinya pada kisaran panjang gelombang 500 nm sampai dengan 525 nm.

6.5.4.2 Pembuatan kurva kalibrasi

- a. Pipet larutan standar besi 0,01 mg/mL mulai dari 0 mL; 1 mL; 2 mL; 3 mL; 4 mL; dan 5 mL ke masing-masing labu ukur 100 mL;
- b. Lanjutkan seperti pasal 6.5.4.1 b, c, sehingga diperoleh konsentrasi 0 mg/L ; 0,1 mg/L; 0,2 mg/L ; 0,3 mg/L ; 0,4 mg/L dan 0,5 mg/L;
- c. Buat kurva kalibrasi untuk mendapatkan persamaan garis regresi.

6.5.5 Perhitungan

$$\text{Konsentrasi Fe (mg/kg)} = \frac{C \times f \times V}{W}$$

Keterangan:

- C adalah konsentrasi yang didapat dari hasil pengukuran, mg/L;
 Fp adalah faktor pengenceran;
 V adalah volume labu ukur yang digunakan, mL;
 W adalah bobot contoh uji, g.

6.6 Timbal (Pb)

6.6.1 Prinsip

Penambahan asam nitrat (HNO₃) bertujuan untuk melarutkan analit logam dan menghilangkan pengganggu yang terdapat dalam contoh uji dengan bantuan pemanas kemudian diukur dengan spektrofotometer serapan atom (SSA) menggunakan gas asetilen C₂H₂. Logam dalam bentuk atom akan menyerap energi radiasi elektromagnetik yang berasal dari lampu katoda dan besarnya serapan berbanding lurus dengan konsentrasi.

6.6.2 Peralatan

- a. SSA dengan kelengkapannya;
- b. Lampu katoda berongga;
- c. Neraca analitik dengan ketelitian 0,1 mg;
- d. Gas asetilen;
- e. Gelas piala;
- f. Pipet ukur;
- g. Labu ukur;
- h. Corong gelas;
- i. Pemanas listrik;
- j. Kertas saring berpori;
- k. Labu semprot.

6.6.3 Pereaksi

- a. Air suling;
- b. Asam nitrat (HNO_3) p.a;
- c. Asam nitrat (1 : 1);
- d. Larutan induk 1 000 mg/L standar timbal (Pb);
- e. Larutan pengencer, air suling yang ditambahkan asam nitrat pekat sampai pH 2.

6.6.4 Cara kerja

6.6.4.1 Persiapan contoh uji

- a. Homogenkan contoh uji;
- b. Timbang 10 g sampai dengan 15 g contoh uji dengan neraca analitik, kemudian dimasukkan ke gelas piala dan ditutup dengan kaca arloji;
- c. Panaskan perlahan-lahan contoh uji sampai kering;
- d. Dinginkan residu pada suhu ruang kemudian larutkan dengan asam nitrat (HNO_3), bilas kaca arloji dengan air dan air bilasannya dimasukkan ke dalam gelas piala;
- e. Pindahkan larutan contoh uji ke dalam labu ukur 100 mL (saring bila perlu) tambahkan larutan pengencer sampai tepat tanda tera dan dihomogenkan;
- f. Larutan contoh uji siap diukur.

6.6.4.2 Pembuatan larutan kerja timbal (Pb)

- a. Untuk membuat larutan baku logam 100 mg/L;
Pipet 10,0 mL dari larutan induk Pb 1 000 mg/L kemudian masukkan dalam labu ukur 100 mL dan tepatkan dengan larutan pengencer sampai tanda tera.
- b. Pipet 0 mL; 1 mL; 5 mL; 10 mL; 15 mL; 20 mL larutan baku 100 mg/L masing-masing ke dalam labu ukur 100 mL.

- c. Tambahkan larutan pengencer sampai tanda tera sehingga diperoleh konsentrasi timbal 0,0 mg/L; 1 mg/L; 5 mg/L; 10 mg/L; 15 mg/L dan 20 mg/L.

6.6.4.3 Cara kerja pembuatan kurva kalibrasi dan pembacaan contoh uji

- Optimalkan alat SSA sesuai petunjuk penggunaan alat;
- Ukur masing-masing larutan kerja yang telah dibuat pada panjang gelombang 217 atau 283,3 nm untuk Pb;
- Buat kurva kalibrasi untuk mendapatkan persamaan garis regresi;
- Lanjutkan dengan pengukuran larutan contoh uji yang telah disiapkan.

6.6.5 Perhitungan

$$\text{Konsentrasi logam untuk Pb (mg/kg)} = \frac{C \times f_p \times V}{W}$$

Keterangan:

- C adalah konsentrasi yang didapat dari hasil pengukuran, mg/L;
 f_p adalah faktor pengenceran;
 V adalah volume labu ukur yang digunakan, mL;
 W adalah bobot contoh uji, g.

7 Syarat lulus uji

Asam formiat teknis dinyatakan lulus uji apabila memenuhi persyaratan mutu pada pasal 4.

8 Pengemasan

Asam formiat teknis dikemas dalam wadah yang tertutup rapat dan disegel, wadah tidak boleh mempengaruhi dan dipengaruhi isi dan harus mempertimbangkan keamanan dan keselamatan selama penyimpanan dan pengangkutan.

9 Penandaan

Pada setiap kemasan harus dicantumkan tanda penandaan yang mudah dibaca, berisikan sekurang-kurangnya:

- Nama produk/merek dagang;
- Kadar asam formiat minimal;
- Berat bersih;
- Lambang/logo perusahaan;
- Nama dan alamat produsen atau importir;
- Tanda bahaya.

Bibliografi

SNI 0030:2011, *Asam sulfat teknis*

BS 4341:1968, *Methods of Test for Formic Acid*, Confirmed January 2011

ASTM E200-97, *Practice for Preparation, Standardization, and Storage of Standard and Reagent Solutions for Chemical Analysis*

ASTM C127-01, *Standard test method for density, relative density (specific gravity), and absorption of coarse aggregate*

